

BEST AVAILABLE COPY

PCT/JP2004/007350

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

31.5.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年 6月27日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-185773
[ST. 10/C]: [JP2003-185773]

REC'D 22 JUL 2004

WIPO

PCT

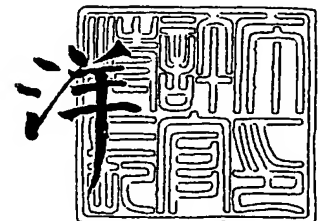
出 願 人
Applicant(s): 信越半導体株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 7月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



出証番号 出証特2004-3059542

【書類名】 特許願

【整理番号】 0300105

【提出日】 平成15年 6月27日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信
越半導体株式会社 半導体白河研究所内

【氏名】 櫻田 昌弘

【発明者】

【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信
越半導体株式会社 半導体白河研究所内

【氏名】 飯田 誠

【発明者】

【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信
越半導体株式会社 半導体白河研究所内

【氏名】 三田村 伸晃

【発明者】

【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信
越半導体株式会社 半導体白河研究所内

【氏名】 尾崎 篤志

【特許出願人】

【識別番号】 000190149

【氏名又は名称】 信越半導体株式会社

【代理人】

【識別番号】 100102532

【弁理士】

【氏名又は名称】 好宮 幹夫

【電話番号】 03-3844-4501

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 043247

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703915

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶の製造方法及び単結晶

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、前記単結晶を育成する際に、前記単結晶の直胴部を成長させるときの引上げ速度を V (mm/min)、固液界面近傍の引上げ軸方向の結晶温度勾配を G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) で表したとき、該結晶温度勾配 G を、前記単結晶直胴部の直径、前記単結晶を引上げる際の単結晶の回転速度、前記チャンバに導入する不活性ガスの流量、前記原料融液を加熱するヒーターの位置、前記原料融液の融液面と前記チャンバ内で原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離のうちの少なくとも 2 つ以上の引上げ条件を変更することにより制御して、引上げ速度 V と結晶温度勾配 G の比 V/G ($\text{mm}^2/^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}$) を所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように制御することを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項 2】 前記引上げ速度 V を一定の値にして単結晶の引上げを行うことを特徴とする請求項 1 に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 3】 前記 V/G を、前記育成する単結晶の欠陥領域が径方向の全面にわたって N 領域となるように制御することを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 4】 前記少なくとも 2 つ以上の引上げ条件を、予め試験を行って求めた変更条件に従って自動的に変更することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 3 のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 5】 前記少なくとも 2 つ以上の引上げ条件を変更する変更条件を、単結晶の製造バッチ間で調節することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法

【請求項 6】 前記製造する単結晶をシリコン単結晶とすることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 7】 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法により製造された単結晶。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法による単結晶の製造方法に関し、特に所望の欠陥領域を有する単結晶を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶には、例えばシリコン単結晶等があり、主にチョクラルスキー法 (Czochralski Method、以下CZ法と略称する) により製造されている。近年、半導体デバイスでは高集積化が促進され、素子の微細化が進んでいる。それに伴い、単結晶の結晶成長中に導入されるグローンイン (Grown-in) 欠陥の問題がより重要となっている。

【0003】

ここで、グローンイン欠陥について図7を参照しながら説明する。

一般に、シリコン単結晶を成長させるときに、結晶成長速度V (結晶引上げ速度) が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD (Flow Pattern Defect) やCOP (Crystal Originated Particle) 等のグローンイン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在する。これらのボイド起因の欠陥が存在する領域はV (Vacancy) 領域と呼ばれている。

【0004】

また、結晶成長速度を低くしていくと成長速度の低下に伴いOSF (酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault) 領域が結晶の周辺からリング状に発生し、さらに成長速度を低速にすると、OSFリングがウエーハの中心に収縮して消滅する。一方、さらに成長速度を低速にすると格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLSEPD (Large Secco Etch Pit Defect)、LFPD (Large Flow Pattern Defect) 等の欠陥が低密度に存

在し、これらの欠陥が存在する領域はI (Interstitial) 領域と呼ばれている。

【0005】

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、ボイド起因のFPD、COP等の欠陥も、格子間シリコン起因のLSEPD、LFPD等の欠陥も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN (ニュートラル、Neutral) 領域と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するN_v領域 (空孔の多い領域) とI領域に隣接するN_i領域 (格子間シリコンが多い領域) とがあり、N_v領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、N_i領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。

【0006】

さらに、熱酸化処理後、酸素析出が発生し易いN_v領域の一部に、Cuデポジション処理で検出される欠陥が著しく発生する領域 (以下、Cuデポ欠陥領域という) があることが見出されており、これは酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因になることがわかっている。

【0007】

これらのグローニン欠陥は、単結晶を成長させるときの引上げ速度V (mm/min) と固液界面近傍のシリコンの融点から1400℃の間の引上げ軸方向の結晶温度勾配G (℃/mm) の比であるV/G (mm²/℃・min) というパラメーターにより、その導入量が決定されると考えられている (例えば、非特許文献1参照)。すなわち、V/Gを所定の値で一定に制御しながら単結晶の育成を行うことにより、所望の欠陥領域あるいは所望の無欠陥領域を有する単結晶を製造することが可能となる。

【0008】

例えば特許文献1では、シリコン単結晶を育成する際に、結晶中心でV/G値を所定の範囲内 (例えば、0.112~0.142 mm²/℃・min) に制御して単結晶を引上げることによって、ボイド起因の欠陥及び転位ループ起因の欠陥が存在しないシリコン単結晶ウエーハを得ることができていることが示されている。また、近年では、Cuデポ欠陥領域を含まないN領域の無欠陥結晶に対する要

求が高まりつつあり、 V/G を所望の無欠陥領域に高精度に制御しながら単結晶を引上げる単結晶の製造が要求されてきている。

【0009】

一般的に、引上げ軸方向の結晶温度勾配 G は、単結晶の育成が行われる単結晶引上げ装置のHZ（ホットゾーン：炉内構造）により一義的に決まるものとされていた。しかしながら、単結晶引上げ中にHZを変更することは極めて困難であることから、上記のように V/G を制御して単結晶の育成を行う場合、結晶温度勾配 G を単結晶引上げ中に制御することは行われず、引上げ速度 V を調節することによって V/G 値を制御して所望の欠陥領域を有する単結晶を製造することが行われている。

【0010】

また、一般に結晶温度勾配 G は単結晶の成長が進むにつれて低下する傾向にあることが知られており、単結晶直胴部の成長開始時より成長終了時の方が小さくなる。したがって、 V/G を所望の値でほぼ一定に制御するためには、単結晶の成長が進むにつれて、引上げ速度 V を結晶温度勾配 G の変化（低下）に合わせて低速となるように変更していかなければならず、その結果、単結晶直胴部の育成にかかる時間が長くなるため生産性が低下するという問題が生じていた。

【0011】

さらに、単結晶直胴部の成長終了時における引上げ速度は、その後単結晶尾部を形成するために行う丸め工程での単結晶の引上げ速度及び引上げ時間に影響を与えている。そのため、上記のように直胴部成長終了時の引上げ速度が低速になると、丸め工程における引上げ速度も低速化して引上げ時間をさらに長引かせてしまうため、単結晶製造における生産性を著しく低下させて製造コストの上昇を招くといった問題があった。

【0012】

【特許文献1】

特開平11-147786号公報

【非特許文献1】

V. V. Voronkov, Journal of Crystal

Growth, 59(1982), 625~643

【0013】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明は上記問題点に鑑みてなされたものであって、本発明の目的は、CZ法により単結晶を育成する際に、引上げ速度 V を低速化させずに引上げ中の結晶温度勾配 G の変化を制御することにより V/G を制御して、所望の欠陥領域を有する単結晶を短時間で効率的に製造することのできる単結晶の製造方法を提供することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明によれば、チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、前記単結晶を育成する際に、前記単結晶の直胴部を成長させるときの引上げ速度を V (mm/min)、固液界面近傍の引上げ軸方向の結晶温度勾配を G (°C/mm) で表したとき、該結晶温度勾配 G を、前記単結晶直胴部の直径、前記単結晶を引上げる際の単結晶の回転速度、前記チャンバに導入する不活性ガスの流量、前記原料融液を加熱するヒーターの位置、前記原料融液の融液面と前記チャンバ内で原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更することにより制御して、引上げ速度 V と結晶温度勾配 G の比 V/G (mm²/°C・min) を所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように制御することを特徴とする単結晶の製造方法が提供される（請求項1）。

【0015】

このように、CZ法によって単結晶を育成する際に、単結晶直胴部の直径、単結晶の回転速度、不活性ガスの流量、ヒーターの位置、原料融液面と遮熱部材間の距離のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更することによって、結晶温度勾配 G を非常に広い範囲で極めて高精度に制御することができ、それによって、引上げ速度 V を低速化させずに V/G を高精度で制御することが可能となり、所望の欠陥領域を有する単結晶を短時間で効率的に製造することができる。そして、このように単結晶を効率的に製造することができれば、単結晶の製造にお

ける生産性を向上させて、コストの低減を図ることができる。

【0016】

このとき、前記引上げ速度 V を一定の値にして単結晶の引上げを行うことができる（請求項2）。

本発明の単結晶の製造方法によれば、上記に示した引上げ条件のうちの少なくとも2つ以上を変更することにより結晶温度勾配 G を広範囲で高精度に制御できるので、引上げ速度 V を一定の値にして単結晶の引上げを行っても、 V/G を所望欠陥領域の単結晶が育成できるように容易にまた確実に制御することができる。したがって、引上げ速度 V を高速で一定に保ったまま、結晶成長軸方向で同じ欠陥領域を有する単結晶を容易に引上げることができる。尚、本発明で言う引上げ速度 V を一定の値にするとは、単結晶直胴部の各結晶部位におけるそれぞれの平均引上げ速度を一定にすることを意味するものであり、単結晶の各結晶部位における平均引上げ速度が一定の値となれば、単結晶の直径を所定値に精度良く制御するために、各結晶部位で平均引上げ速度に対して所定範囲内で V を変動させることができるものである。

【0017】

この場合、前記 V/G を、前記育成する単結晶の欠陥領域が径方向の全面にわたって N 領域となるように制御することが好ましい（請求項3）。

このように、 V/G を単結晶の欠陥領域が径方向全面で N 領域となるように制御することによって、FPDやCOP等のボイド起因の欠陥も、またLSEPD、LFPD等の転位ループ起因の欠陥も存在しない非常に高品質の単結晶を高生産性で製造することができる。

【0018】

また、本発明では、前記少なくとも2つ以上の引上げ条件を、予め試験を行って求めた変更条件に従って自動的に変更することが好ましい（請求項4）。

このように、上記に示した引上げ条件のうちの少なくとも2つ以上を変更して結晶温度勾配 G を制御する際に、実際に単結晶の製造が行われる製造環境での結晶温度勾配 G の状態や各引上げ条件と結晶温度勾配 G との関係等を予めシミュレーション解析、あるいは実生産等の試験を行って明らかにし、そこで得られた情

報を基に実際に変更する引上げ条件の選択やその引上げ条件を変更する度合い等の変更条件を求めておく。そして、その選択した引上げ条件を変更条件に従って単結晶引上げ中に変更することによって、結晶温度勾配 G を高精度に自動制御することが可能となり、所望の欠陥領域を有する単結晶を非常に安定して製造することができる。

【0019】

さらに、前記少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更する変更条件を、単結晶の製造バッチ間で調節することが好ましい（請求項5）。

通常、単結晶の製造を複数バッチ繰り返して行くと、単結晶引上げ装置で HZ を構成するパーツの劣化等の原因により、単結晶の製造バッチ間で製造環境が変化してしまう場合がある。しかしながら、本発明のように少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更する変更条件を単結晶の製造バッチ間で調節することによって、製造環境の変化を補正することが可能となり、単結晶の製造を複数バッチ繰り返し行っても製造バッチ間で品質のバラツキが生じずに非常に安定して単結晶の製造を行うことができる。

【0020】

この場合、前記製造する単結晶をシリコン単結晶とすることができる（請求項6）。

このように、本発明の単結晶の製造方法は、シリコン単結晶を製造する場合に特に好適に用いることができ、それにより、引上げ速度 V を低速化させずに V/G を制御して、所望の欠陥領域を有するシリコン単結晶を短時間で効率的に製造することができる。

【0021】

そして、本発明によれば、前記単結晶の製造方法により製造された単結晶が提供される（請求項7）。

本発明により製造された単結晶は、所望の欠陥領域を有する非常に高品質の単結晶とすることができる。さらに、本発明の単結晶は、短時間で効率的に製造されたものであるので、従来に比べて安価なものとなる。

【0022】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者等は、所望の欠陥領域を有する単結晶を短時間で効率的に製造するために、 V/G の制御を結晶温度勾配 G を制御して行えば良いと考え、育成する単結晶の直胴部の直径、単結晶を引上げる際に単結晶を回転させる回転速度、単結晶育成の際にチャンバ内に導入する不活性ガスの流量、単結晶育成中に原料融液を加熱するヒーターの位置、及び原料融液の融液面と原料融液面に対向するように設けられた遮熱部材との距離に注目した。

【0023】

そして、本発明者等が鋭意実験及び検討を重ねた結果、上記に示した各引上げ条件を単結晶の引上げ中に故意に変化させることによって固液界面近傍のシリコンの融点から 1400°C の間の引上げ軸方向の結晶温度勾配 G を制御することができること、そしてこのように単結晶引上げ中に結晶温度勾配 G をすることによって引上げ速度を低速に変更させずに V/G の制御が可能であることを見出した。

【0024】

ここで、総合伝熱解析ソフトFEMAG (F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990))を用いて、単結晶を育成する際に、単結晶直胴部の直径を変化させた場合の結晶温度勾配 G の変化、単結晶を回転させる回転速度を変化させた場合の結晶温度勾配 G の変化、チャンバに導入する不活性ガスの流量を変化させた場合の結晶温度勾配 G の変化、原料融液を加熱するヒーターの位置を変化させた場合のヒーターの発熱中心位置と原料融液の融液面との相対距離 L_2 に対する結晶温度勾配 G の変化、及び単結晶の引上げ中に原料融液の融液面とチャンバ内に設けた遮熱部材間の距離 L_1 を変化させた場合の結晶温度勾配 G の変化についてシミュレーション解析した結果の例をそれぞれ図1～図5に示す。

【0025】

図1～図5に示したように、シミュレーション解析の結果、上記に示した各引上げ条件を変化させることによって結晶温度勾配 G が変化することが明らかとなり、例えば単結晶引上げ中に、単結晶直胴部の直径を細くする、単結晶の回転速度を速くする、不活性ガスの流量を増加させる、ヒーターの発熱中心位置と原料融液面との相対距離 L_2 が大きくなるようにヒーターの位置を変化させる、または原料融液面と遮熱部材間の距離 L_1 を減少させることによって結晶温度勾配 G を大きくすることができ、また一方直胴部の直径を太くする、回転速度を遅くする、不活性ガス流量を減少させる、ヒーター発熱中心位置と原料融液面との相対距離 L_2 が小さくようにヒーターの位置を変化させる、または原料融液面と遮熱部材間の距離 L_1 を増大させることによって結晶温度勾配 G を小さくできることがわかった。

【0026】

またこの場合、上記に示した引上げ条件のうちの少なくとも2つ以上を単結晶引上げ中に変更することによって、結晶温度勾配 G の制御を非常に広範囲でかつ極めて高精度に行うことができ、所望の欠陥領域を有する単結晶を非常に安定して育成できることも明らかとなった。すなわち、1つのパラメーターのみであると各図に示したような結晶温度勾配 G の変化しか得られないが、2つ以上のパラメーターの変更・制御を組み合わせることにより、結晶温度勾配 G を自在に、より効果的に制御することができる。

【0027】

本発明は、このような単結晶引上げ中の引上げ条件と結晶温度勾配 G との関係を利用したものである。

すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、CZ法によって単結晶を育成する際に、単結晶直胴部の直径、単結晶を引上げる際の単結晶の回転速度、チャンバに導入する不活性ガスの流量、原料融液を加熱するヒーターの位置、原料融液の融液面とチャンバ内で原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更することにより結晶温度勾配 G を制御して、所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように V/G を所望値に制御することに特徴を有するものである。

【0028】

以下、本発明の単結晶の製造方法について図面を参照しながら詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

本発明の単結晶の製造方法で用いられる単結晶引上げ装置は、単結晶の引上げ中に、単結晶の直径制御、単結晶の回転速度の制御、不活性ガスの流量制御、ヒーターの位置の調節、原料融液面及び／または遮熱部材の位置の調節のうちの少なくとも2つ以上を行うことができるものであれば特に限定されないが、例えば図6に示すような単結晶引上げ装置を用いることができる。先ず、図6を参照しながら、本発明の単結晶の製造方法を実施する際に使用することのできる単結晶引上げ装置について説明する。

【0029】

図6に示した単結晶引上げ装置20は、メインチャンバ1内に、原料融液4を収容する石英ルツボ5と、この石英ルツボ5を保護する黒鉛ルツボ6とがルツボ駆動機構21によって回転・昇降自在に保持軸13で支持されており、またこれらのルツボ5、6を取り囲むように加熱ヒーター7と断熱材8が配置され、さらに加熱ヒーター7の位置を調節できるようにヒーター駆動手段22が設けられている。

【0030】

メインチャンバ1の上部には育成した単結晶3を収容し、取り出すための引上げチャンバ2が接続されており、引上げチャンバ2の上部には単結晶3をワイヤー14で回転させながら引上げる引上げ機構17が設けられている。

【0031】

さらに、メインチャンバ1の内部にはガス整流筒11が設けられており、このガス整流筒11の下部には原料融液4と対向するように遮熱部材12を設置して、原料融液4の表面からの輻射をカットするとともに原料融液4の表面を保温するようにしている。また、ガス整流筒11の上部には、ガス整流筒11を昇降させて遮熱部材12の位置を上下に調整できる遮熱部材駆動手段23が設置されている。尚、本発明において、遮熱部材12の形状や材質等は特に限定されるものではなく、必要に応じて適宜変更することができる。さらに、本発明の遮熱部材

12は、融液面に対向配置されたものであれば良く、必ずしも上記のようにガス整流筒の下部に設置されているものに限定されない。

【0032】

また、引上げチャンバ2の上部に設けられたガス導入口10からはバルブ24で流量を調節しながらアルゴンガス等の不活性ガスを導入でき、引上げ中の単結晶3とガス整流筒11との間を通過させた後、遮熱部材12と原料融液4の融液面との間を通過させ、ガス流出口9から排出することができる。

【0033】

さらに、上記の加熱ヒーター7、ルツボ駆動機構21、ヒーター駆動手段22、遮熱部材駆動手段23、バルブ24は引上げ条件制御手段18に接続されている。そして、この引上げ条件制御手段18に、例えば加熱ヒーター7の位置、ルツボ5、6の位置、遮熱部材12の位置、不活性ガスの流量、CCDカメラ19で測定した原料融液面の位置及び単結晶3の直径、放射温度計（不図示）で測定した原料融液の温度、引上げ機構17から得られる単結晶の引上げ長さ等の情報がフィードバックされることにより、加熱ヒーター7のパワー、引上げ機構17の駆動、バルブ24の開閉、ヒーター駆動手段22の駆動、またルツボ駆動機構21及び／または遮熱部材駆動手段23の駆動をそれぞれ単結晶の引上げ長さ等に応じて調節して、単結晶直胴部の直径、単結晶を引上げる際の単結晶の回転速度、チャンバに導入する不活性ガスの流量、原料融液を加熱する加熱ヒーターの位置、及び原料融液面と遮熱部材間の距離L1をそれぞれ精度良く制御・変更することができるようになっている。

【0034】

このような単結晶引上げ装置20を用いて、CZ法により例えばシリコン単結晶を育成する場合、ガス導入口10から引上げチャンバ2及びメインチャンバ1に不活性ガス（例えば、アルゴンガス）を導入しながら、種ホルダー15に固定された種結晶16を石英ルツボ5中の原料融液4に浸漬し、その後回転させながら静かに引上げて種紋りを形成した後所望の直径まで拡径し、略円柱形状の直胴部を有するシリコン単結晶3を成長させることができる。

【0035】

本発明は、このようにしてシリコン単結晶 3 を育成する際に、単結晶直胴部の直径、単結晶を回転させる回転速度、チャンバ 1, 2 に導入する不活性ガスの流量、加熱ヒーター 7 の位置、原料融液面と遮熱部材 1 2 間の距離 L_1 のうちの少なくとも 2 つ以上の引上げ条件を結晶成長方向で変更することによって固液界面近傍の引上げ軸方向の結晶温度勾配 G を制御することができ、それによって、引上げ速度 V を低速化させずに一定の値に維持しながら V/G を制御して、所望の欠陥領域を有する単結晶を短時間で効率的に育成することができるものである。

【0036】

具体的に説明すると、例えばシリコン単結晶を欠陥領域が径方向の全面にわたって N 領域となるように育成する場合、単結晶の直胴部を N 領域で育成できるように引上げ速度 V を単結晶の製造が行われる製造環境（例えば、単結晶引上げ装置の HZ 等）に応じて設定する。このとき、引上げ速度 V は、単結晶を N 領域で育成できる範囲の最大値に設定することができる。

【0037】

そして、このように設定した引上げ速度 V で単結晶直胴部を育成するときに、そのまま直胴部を上げた場合に結晶温度勾配 G が小さくなる領域や、また逆に大きくなる領域において、単結晶直胴部の直径、単結晶を回転させる回転速度、チャンバ 1, 2 に導入する不活性ガスの流量、加熱ヒーター 7 の位置、原料融液面と遮熱部材 1 2 間の距離 L_1 のうちの少なくとも 2 つ以上の引上げ条件を変更することによって、結晶温度勾配 G を制御する。

【0038】

例えば、結晶温度勾配 G が小さくなる領域では、加熱ヒーター 7 に供給する電力等を調節してヒーターのパワーを高めて原料融液 4 を加熱することによって単結晶直胴部の直径を細くなるように変更する、引上げ機構 1 7 により単結晶の回転速度を速くなるように変更する、バルブ 2 4 を開いてチャンバに導入する不活性ガスの流量を増加するように変更する、加熱ヒーター 7 の発熱中心位置と原料融液面との相対距離 L_2 が大きくなるように加熱ヒーター 7 の位置をヒーター駆動手段 2 2 によって変更する（ヒーターの位置を下げる）、及び原料融液面と遮熱部材 1 2 間の距離 L_1 を減少させるように変更するといった各引上げ条件の変

更のうちの少なくとも2つ以上を行う。

【0039】

尚、原料融液面と遮熱部材間の距離 L_1 は、ルツボ駆動機構21で石英ルツボ5及び黒鉛ルツボ6を結晶成長による融液面低下分とは異なる速度で押し上げることによって原料融液面の高さを結晶成長軸方向で上昇・下降させたり、また遮熱部材駆動手段23でガス整流筒11を昇降させて遮熱部材12の位置を上下に移動させたりすることによって、容易にまた高精度で変更させることができる。尚、上記では、原料融液面の位置よりヒーター発熱中心が下となる場合を例として説明しているが、もちろんヒーター発熱中心を融液面より上となるように制御することも可能である。

【0040】

また逆に、結晶温度勾配 G が大きくなるような領域では、加熱ヒーター7のパワーを低下させて単結晶直胴部の直径を太くなるように変更する、単結晶の回転速度が遅くなるように変更する、バルブ24を閉めてガス流量が減少するように変更する、加熱ヒーター7の発熱中心位置と原料融液面との相対距離 L_2 が小さくなるように加熱ヒーター7の位置を変更する（ヒーターの位置を上げる）、原料融液面と遮熱部材12間の距離 L_1 を増大させるように変更するといった各引上げ条件の変更のうちの少なくとも2つ以上を行う。

【0041】

このようにして上記引上げ条件のうちの少なくとも2つ以上を変更することによって、1つの引上げ条件のみを変更する場合に懸念される不都合を生じさせずに、結晶温度勾配 G を非常に広範囲で高精度に制御しながら所望の欠陥領域を有する単結晶を非常に安定して育成することができる。

【0042】

具体的に説明すると、単結晶育成中に例えば単結晶直胴部の直径のみを変更して結晶温度勾配 G を制御する場合、 V/G を所望値にするために直胴部の直径を過剰に太らせてしまうことが考えられ、その結果、単結晶育成後に単結晶の円筒外周面に研削加工を施して直胴部の直径を所望の大きさにする際に加工代が多くなってしまい収率の悪化を招く恐れがある。また逆に、単結晶育成中に V/G の

制御のために直胴部の直径を過剰に細くしてしまうと、その後の研削加工の際に十分な加工代が確保できずに径小不良が生じる等の不都合が起こる恐れがある。

【0043】

また、例えば単結晶育成中に単結晶の回転速度のみを変更する場合、 V/G を所望値にするために回転速度が余りに速くなり過ぎたり、また遅くなり過ぎたりすると単結晶直胴部の形状が変形したり、面内の品質分布の悪化が生じて歩留まりの低下を招くといった不都合が生じる可能性があったり、さらに加熱ヒーターの位置をのみ変更する場合に加熱ヒーターの位置を大きく変化させ過ぎてしまうと成長結晶が有転位化したり、原料融液の加熱を適切に行うことができずに原料融液の温度制御が困難になることも考えられる。

【0044】

しかしながら、単結晶を育成する際に、本発明のように単結晶直胴部の直径、単結晶の回転速度、不活性ガスの流量、加熱ヒーターの位置、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L1$ のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更することによって、上記引上げ条件の何れか一つを過剰に変更させなくても結晶温度勾配 G を非常に広範囲で制御することができるようになるし、また引上げ条件の変更による結晶温度勾配 G の制御精度や応答性も向上させることができる。したがって、上記のような引上げ条件の過剰な変動による不都合を全く生じさせずに V/G を非常に高精度に制御することができ、所望の欠陥領域を有する単結晶を非常に安定して製造することができる。

【0045】

尚、本発明は、単結晶育成中に単結晶直胴部の直径、単結晶の回転速度、不活性ガスの流量、加熱ヒーターの位置、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L1$ のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更すれば良く、実際に単結晶の製造が行われる製造環境（例えばHZの構造）等に応じて、変更させる引上げ条件の数やパラメータを適宜選択することができる。

【0046】

また、上記引上げ条件を変更する際の各引上げ条件の制御範囲についても、単結晶の製造環境等に応じて適宜決定することができ、特に限定されるものではない。

いが、例えば単結晶育成中に引上げ条件を過剰に変更させ過ぎてしまうと上述のような様々な不都合が生じる恐れがある。したがって、単結晶引上げ中は、各引上げ条件を単結晶が安定して育成することができる範囲で変更することが好ましい。

【0047】

例えば単結晶育成中に単結晶直胴部の直径を変更するときであれば、変更する直径の変動幅が変動中心値の±5%以内となるようにすることが好ましい。一例として、直径150mmの単結晶を製造する場合では、単結晶育成後に結晶外周面に研削加工を施すときの加工代を考慮に入れて、単結晶育成中に直胴部の直径を152～160mm程度の範囲（変動中心値は156mm）で変更すれば良く、また直径200mmの単結晶の場合は直径を202～216mm程度の範囲（変動中心値は209mm）で変更し、直径300mmの単結晶の場合は直径を302～320mm程度の範囲（変動中心値は311mm）で変更するようにすれば良い。

【0048】

また、単結晶の回転速度を変更する場合は、引上げる単結晶の直径にもよるが、回転速度を例えば0.1～40rpm、好ましくは5～14rpmの範囲で変更することが望ましく、以下同様に、不活性ガスの流量は10～2000L/min、好ましくは60～300L/minの範囲で変更し、加熱ヒーターの位置については加熱ヒーターの発熱中心位置と原料融液面との相対距離L2が0～500mm、好ましくは10～200mm、さらに好ましくは30～100mmの範囲で変化するようにヒーター位置を変更し、また原料融液面と遮熱部材間の距離L1は1～500mm、好ましくは10～300mm、さらに好ましくは20～200mmの範囲で変更することが望ましい。

【0049】

このように、本発明によれば、単結晶引上げ中に単結晶直胴部の直径、単結晶の回転速度、不活性ガスの流量、加熱ヒーターの位置、原料融液面と遮熱部材間の距離L1のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更して結晶温度勾配Gを制御することにより、引上げ速度Vに依らずにV/Gを所定値に制御すること

が可能となる。そのため、単結晶育成中に引上げ速度 V を従来のように低速化させることなく所定の値以上に、特にはその欠陥領域となる最大引上げ速度で一定に維持したまま、所望の欠陥領域、例えば N 領域を有する単結晶が得られるように V/G を容易に制御することができる。もちろん、本発明は上記引上げ条件のうちの少なくとも 2 つ以上を変化させることにより結晶温度勾配 G を制御し、所望欠陥領域内で単結晶を成長させるのであれば、引上げ速度 V は必ずしも一定の値にする必要はないが、上記のように所望欠陥領域となる引上げ速度の最大値で一定になるようにすれば、単結晶の生産性を大幅に向上させることができる。

【0050】

すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、単結晶直胴部を引上げる際の平均結晶引上げ速度を向上できるので、従来よりも単結晶直胴部の育成を短時間で行うことができるし、さらに単結晶直胴部の成長終了時の引上げ速度が低速にならないので、その後の丸め工程における引上げ時間も短縮することができるため、結晶径方向の全面が N 領域となる非常に高品質のシリコン単結晶を高い生産性で製造することができる。また、製造時間が短縮されることにより、結晶が有転位化する可能性も低減し、生産性だけでなく、歩留りをも向上させることができる。その結果、単結晶の生産性が向上して大幅なコストダウンを図ることができ、非常に安価に単結晶を提供することができる。

【0051】

さらに、単結晶を育成する際に本発明のようにして結晶温度勾配 G を制御することによって、 V/G の制御性を向上させることができる。そのため、例えば図 7 に示すような、 Cu デポ欠陥領域を含まない N 領域中の N_v 領域や N_i 領域といった狭い領域に V/G を高精度に制御して単結晶を製造することが可能となり、所望の欠陥領域を結晶成長軸方向の全域に渡って有する高品質の単結晶を非常に安定して得ることができる。

【0052】

また、このような本発明の単結晶の製造方法では、予め、単結晶の製造を行う製造環境において結晶温度勾配 G の状態や結晶温度勾配 G と各引上げ条件との関係等を例えばシミュレーション解析、あるいは実測等の試験を行って調べておく

ことによって、単結晶引上げ中に変更する引上げ条件の選択やその引上げ条件を変更させる度合い等のような変更条件を詳細に求めることができる。

【0053】

そして、このようにして求めた変更条件を図6に示した引上げ条件制御手段18に入力しておき、単結晶を育成する際に例えば加熱ヒーター7の位置、ルツボ5, 6の位置、遮熱部材12の位置、不活性ガスの流量、CCDカメラ19で測定した原料融液の位置及び単結晶3の直径、放射温度計(不図示)で測定した原料融液の温度、引上げ機構17から得られる単結晶の引上げ長さ等の情報が引上げ条件制御手段18にフィードバックされることにより、変更条件に従って引上げ条件制御手段18で加熱ヒーター7、引上げ機構17、ルツボ駆動機構21、ヒーター駆動手段22、遮熱部材駆動手段23、バルブ24を調節することができる。こうすることによって、それぞれの引上げ条件を単結晶の引上げ長さ等に応じて自動的に制御・変更して結晶温度勾配Gを高精度に制御することができる。したがって、 V/G の制御を自動で高精度に行うことが可能となり、所望の欠陥領域を有する単結晶の製造を一層容易に安定して行うことができる。

【0054】

さらに、本発明の単結晶の製造方法において、CZ法により単結晶を複数バッチ連続して製造する場合、単結晶引上げ中に少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更する変更条件を単結晶の製造バッチ間で調節することが好ましい。

通常、単結晶の製造を複数バッチ繰り返して行くと、単結晶引上げ装置でHZを構成するパーツの劣化等の原因により、単結晶の製造バッチ間でHZ等の製造環境が変化してしまうことがある。特に、HZのパーツは黒鉛製のものが多く用いられ、その中でもヒーターは通常黒鉛ヒーターであることが多く、使用により徐々に温度分布が変化する。そして、このように単結晶の製造バッチ間で製造環境が変化すると、結晶温度勾配Gも製造バッチ間で変化することになる。

【0055】

したがって、単結晶を複数バッチ製造する場合、上記のように引上げ条件の変更条件を単結晶の製造バッチ間で製造環境の変化等に応じて調節することによって、製造環境の変化を補正することが可能となり、製造バッチ間で品質のバラツ

キを生じさせずに高品質の単結晶を非常に安定して製造することができる。具体的には、前バッチにおいて制御・変更した各引上げ条件の値と欠陥分布の関係をフィードバックして、次バッチ以降の製造条件を調整すれば良い。

【0056】

【実施例】

以下、実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例)

図6に示した単結晶引上げ装置20を用いて、直径24インチ(600mm)の石英ルツボに原料多結晶シリコンを150kgチャージし、ガス導入口10からアルゴンガスを流しながらCZ法により、方位<100>、酸素濃度が22~23ppma(ASTM'79)となるシリコン単結晶を育成した(単結晶直胴部の長さは約120cm)。尚、単結晶を育成する際の直胴部の直径については、最終的に得られる単結晶が直径200mmとなるように結晶育成後に円筒外周面を研削加工する時の加工代を考慮に入れて、200mmより太くなるようにした。

【0057】

また、単結晶引上げ中の引上げ条件については、予めシミュレーション解析を行って結晶温度勾配Gを調べておき、その解析の結果に基づいて、単結晶引上げ中に単結晶直胴部の直径、単結晶の回転速度、アルゴンガスの流量、加熱ヒーターの位置(ヒーターの発熱中心位置と原料融液面との相対距離L2)、原料融液面と遮熱部材間の距離L1がそれぞれ以下の表1に示した値となるように引上げ条件制御手段18で制御・変更するとともに、結晶引上げ速度を単結晶直胴部の10cm以降で一定の値となるように制御して、Cuデポジション欠陥が検出されないN領域で単結晶の育成を行った。尚、直胴部0cmでの引上げ速度が高速であるのは、拡張部から直胴部に入るためのいわゆる肩部の引上げであるためで、肩部を形成することで直胴部の引上げに移行し、10cm以内に引上げ速度を安定化させることができる。

【0058】

【表 1】

直胴部の長さ (cm)	引上げ速度 (mm/min)	直胴部の直径 (mm)	単結晶の回転速度 (rpm)	Arガスの流量 (L/min)	相対距離 L2 (mm)	融液面と遠熱部材の距離 L1(mm)
0	1.20	208	14	100	45	60
10	0.57	208	14	150	45	60
20	0.57	206	14	175	45	60
30	0.57	206	14	175	45	57
40	0.57	208	14	150	45	55
50	0.57	208	14	130	45	55
60	0.57	208	11	130	45	55
70	0.57	208	11	130	45	55
80	0.57	208	11	130	45	55
90	0.57	208	10	130	55	55
100	0.57	208	10	130	65	55
110	0.57	207	10	150	65	55
120	0.57	206	10	180	65	55

【0059】

次に、上記のようにして育成した単結晶の円筒外周面に研削加工を施して直胴部の直径を200mmに調整した。その後、得られた単結晶の成長軸方向10cm毎の部位から検査用のウェーハを切り出し、平面研削及び研磨を行って検査用のサンプルを作製し、以下に示すような結晶品質特性の検査を行った。

【0060】

(1) FPD (V領域) 及びLSEPD (I領域) の検査

検査用のサンプルに30分間のセコエッチングを無攪拌で施した後、ウェーハ面内を顕微鏡で観察することにより結晶欠陥の有無を確認した。

(2) OSFの検査

検査用のサンプルにウェット酸素雰囲気下、1100℃で100分間の熱処理を行った後、ウェーハ面内を顕微鏡で観察することによりOSFの有無を確認した。

(3) Cuデポジション処理による欠陥の検査

検査用のサンプルの表面に酸化膜を形成した後、Cuデポジション処理を行って酸化膜欠陥の有無を確認した。その際の評価条件は以下の通りである。

酸化膜: 25 nm

電解強度: 6 MV/cm

電圧印加時間: 5 分間

(4) 酸化膜耐圧特性の検査

検査用のサンプルに乾燥雰囲気中で熱酸化処理を行って 25 nm のゲート酸化膜を形成し、その上に 8 mm^2 の電極面積を有するリンをドープしたポリシリコン電極を形成した。そして、この酸化膜上に形成したポリシリコン電極に電圧を印加して酸化膜耐圧の評価を行った。このとき、判定電流は 1 mA/cm^2 とした。

【0061】

(比較例)

上記実施例と同様の単結晶引上げ装置 20 を用いて、直径 24 インチ (600 mm) の石英ルツボに原料多結晶シリコンを 150 kg チャージし、CZ 法によりシリコン単結晶を育成した。このとき、単結晶直胴部の直径、単結晶の回転速度、不活性ガスの流量、加熱ヒーターの位置 (ヒーターの発熱中心位置と原料融液面との相対距離 L_2)、原料融液面と遮熱部材間の距離 L_1 は以下の表 2 に示したように一定の値に固定しておき、引上げ速度は単結晶育成中に以下の表 2 に示した値となるように変化させて、Cu デポジション欠陥が検出されない N 領域で単結晶の育成を行った。

そして、得られた単結晶の成長軸方向 10 cm 毎の部位から検査用のウエーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って検査用のサンプルを作製し、実施例と同様の結晶品質特性の検査を行った。

【0062】

【表 2】

直胴部の長さ (cm)	引上げ速度 (mm/min)	直胴部の 直径 (mm)	単結晶の 回転速度 (rpm)	Arガスの 流量 (L/min)	相対距離 L2 (mm)	融液面と遠熱 部材の距離 L1(mm)
0	1.20	208	14	100	45	60
10	0.55	208	14	100	45	60
20	0.53	208	14	100	45	60
30	0.52	208	14	100	45	60
40	0.53	208	14	100	45	60
50	0.54	208	14	100	45	60
60	0.55	208	14	100	45	60
70	0.55	208	14	100	45	60
80	0.55	208	14	100	45	60
90	0.55	208	14	100	45	60
100	0.54	208	14	100	45	60
110	0.53	208	14	100	45	60
120	0.51	208	14	100	45	60

【0063】

上記のようにして実施例及び比較例で作製したシリコン単結晶にそれぞれ結晶品質特性の検査を行った結果、両シリコン単結晶とも単結晶直胴部10cmから直胴部終端までの領域において、FPD、LSEPD、OSFの何れの欠陥も検出されず、またCuデポジション処理による欠陥も観察されなかった。さらに酸化膜耐圧特性の評価では、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

一方、実施例及び比較例において単結晶直胴部を育成したときの直胴部10cm以降の平均引上げ速度を計算して比較したところ、実施例の平均引上げ速度が比較例よりも0.033mm/min程度大きかった。

【0064】

以上の結果より、引上げ速度を一定の値にして単結晶を育成した実施例は、比較例と比べて、結晶品質が同等以上となるシリコン単結晶をより短い時間で効率的に製造できることがわかった。また、実施例及び比較例で得られたシリコン単結晶を目視にて観察したところ、どちらの単結晶にも不良箇所が観察されなかったことから、実施例の単結晶は比較例と同等以上の高い歩留まりを達成できることが確認できた。

【0065】

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0066】

例えば、上記実施の形態では単結晶をN領域で育成する場合を例に挙げて説明を行っているが、本発明はこれに限定されず、V領域またはI領域、あるいはOSF領域といった所望の欠陥領域で単結晶を育成することもできる。また、本発明は、シリコン単結晶を製造する場合に好適に用いることができるが、これに限定されるものではなく、化合物半導体単結晶等を製造する場合にも同様に適用することができる。

【0067】

尚、本発明の単結晶の製造方法は、必ずしも単結晶直胴部の全長で実施する場合に限られず、一部の長さに渡って結晶温度勾配Gを上記引上げ条件を2つ以上変更することによって制御して、所望の欠陥領域とする場合を含む。特に上記のように、直胴部の前半である肩部から10cmの領域は、引上げ速度や直径が安定しないことがあるので、これが定常状態となり易い直胴部の5cm以降あるいは10cm以降で行うのが好ましい。

【0068】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、単結晶を引上げる際に上記に示した引上げ条件のうちの少なくとも2つ以上を変更することによって結晶温度勾配Gを広範囲で精度良く制御することができ、それによって、引上げ速度Vに依らずに V/G を高精度に制御することができる。したがって、引上げ速度Vを低速化させずに一定の値にして所望の欠陥領域を有する単結晶を育成することができるため、従来よりも短時間で効率的な単結晶製造を行うことが可能となり、歩留まりを低下させずに単結晶の製造における生産性を向上させて大幅なコストダウンを図ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】**【図 1】**

単結晶直胴部の直径と結晶温度勾配 G との関係の一例を示すグラフである。

【図 2】

単結晶の回転速度と結晶温度勾配 G との関係の一例を示すグラフである。

【図 3】

不活性ガスの流量と結晶温度勾配 G との関係の一例を示すグラフである。

【図 4】

ヒーターの発熱中心位置から原料融液面までの相対距離 L_2 と結晶温度勾配 G との関係の一例を示すグラフである。

【図 5】

原料融液面と遮熱部材間の距離 L_1 と結晶温度勾配 G との関係の一例を示すグラフである。

【図 6】

本発明の単結晶の製造方法を実施する際に使用することのできる単結晶引上げ装置の一例を説明する構成概略図である。

【図 7】

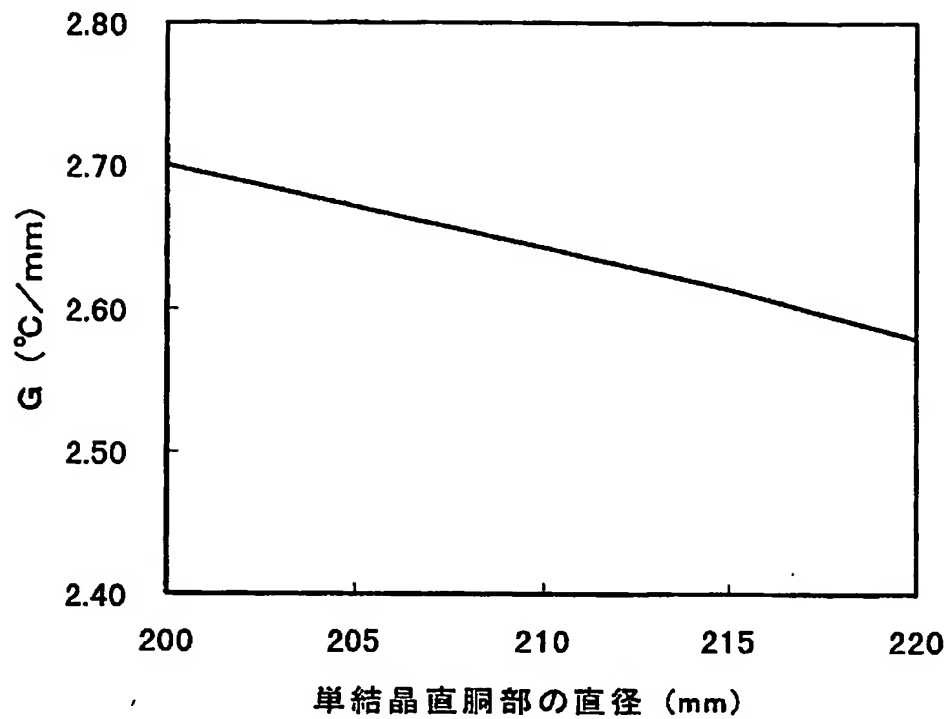
V/G と結晶欠陥分布の関係を表す説明図である。

【符号の説明】

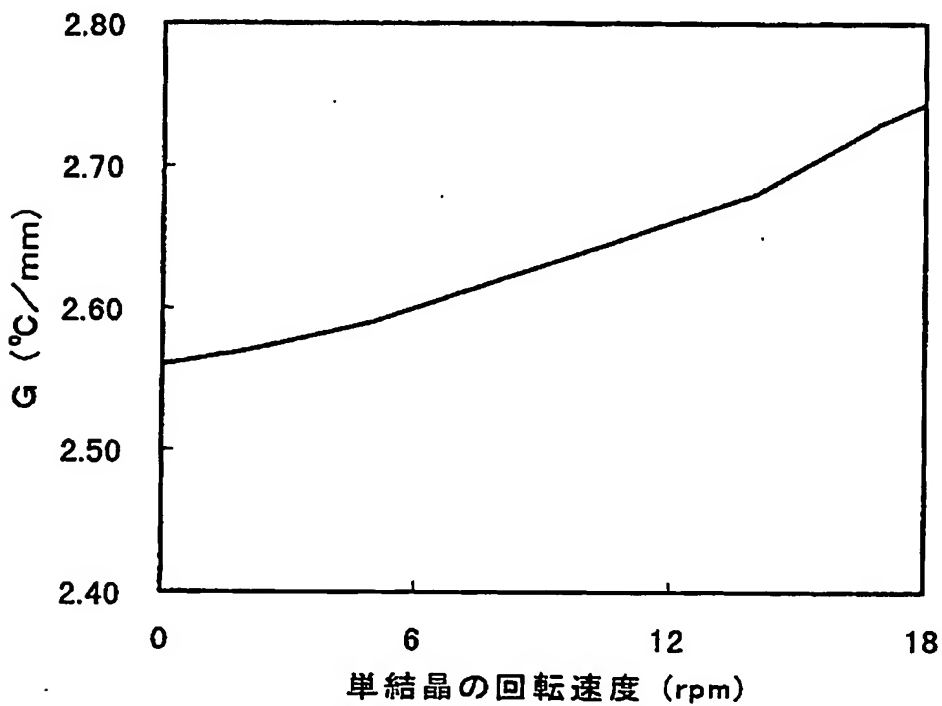
1…メインチャンバ、 2…引上げチャンバ、
3…単結晶（シリコン単結晶）、 4…原料融液、 5…石英ルツボ、
6…黒鉛ルツボ、 7…加熱ヒーター、 8…断熱材、
9…ガス流出口、 10…ガス導入口、 11…ガス整流筒、
12…遮熱部材、 13…保持軸、 14…ワイヤー、
15…種ホルダー、 16…種結晶、 17…引上げ機構、
18…引上げ条件制御手段、 19…CCDカメラ、
20…単結晶引上げ装置、 21…ルツボ駆動機構、
22…ヒーター駆動手段、 23…遮熱部材駆動手段、 24…バルブ。

【書類名】 図面

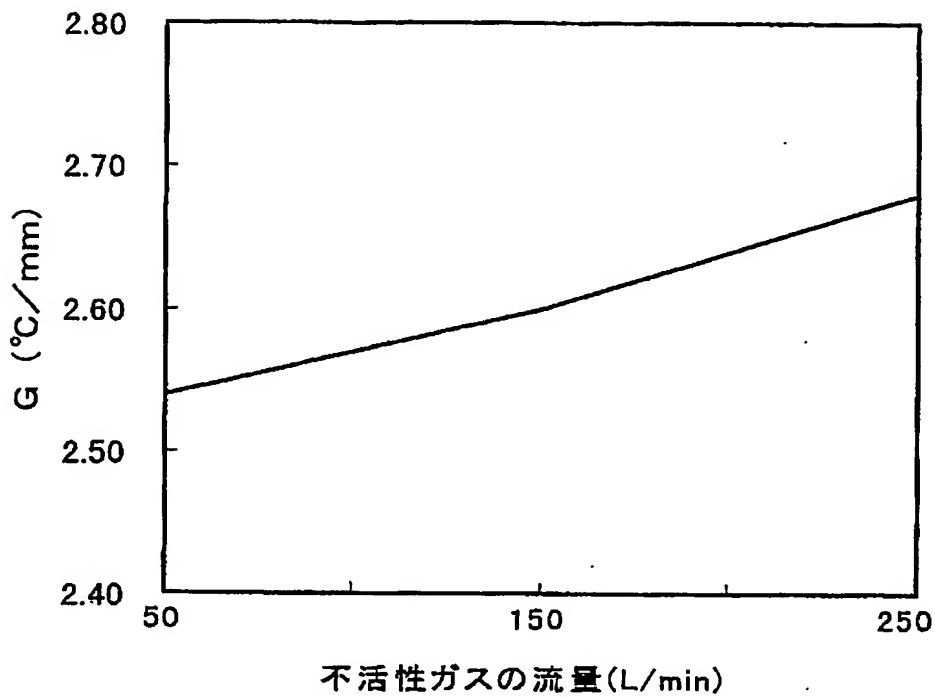
【図 1】



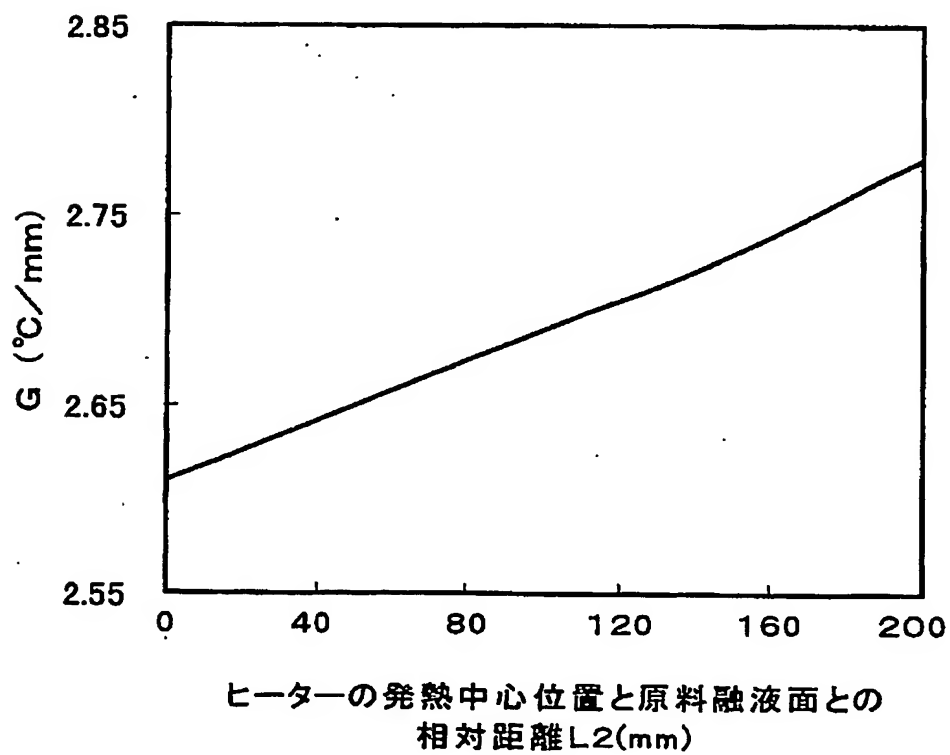
【図 2】



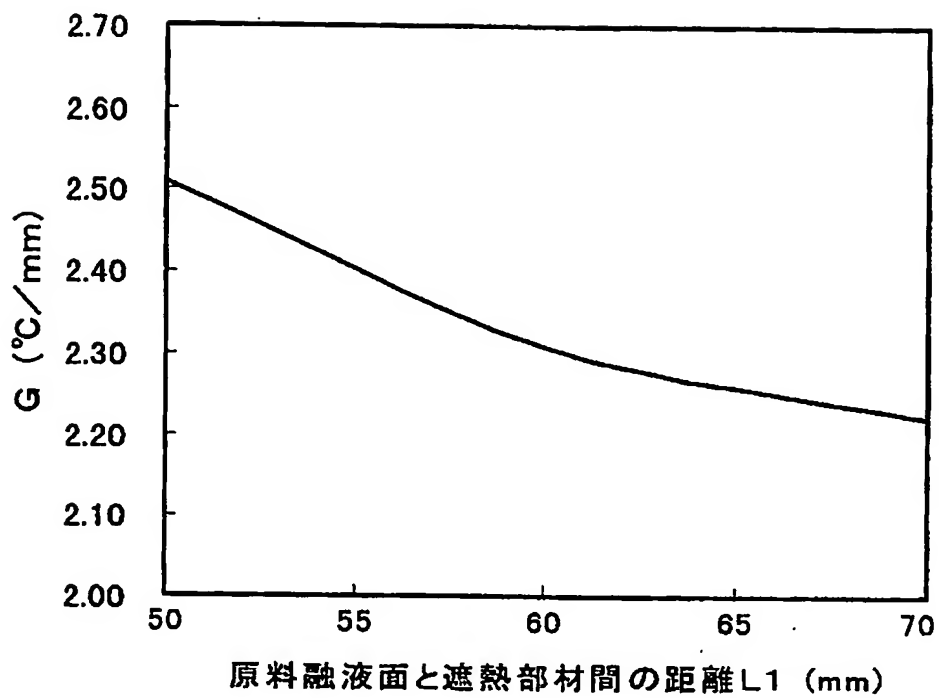
【図 3】



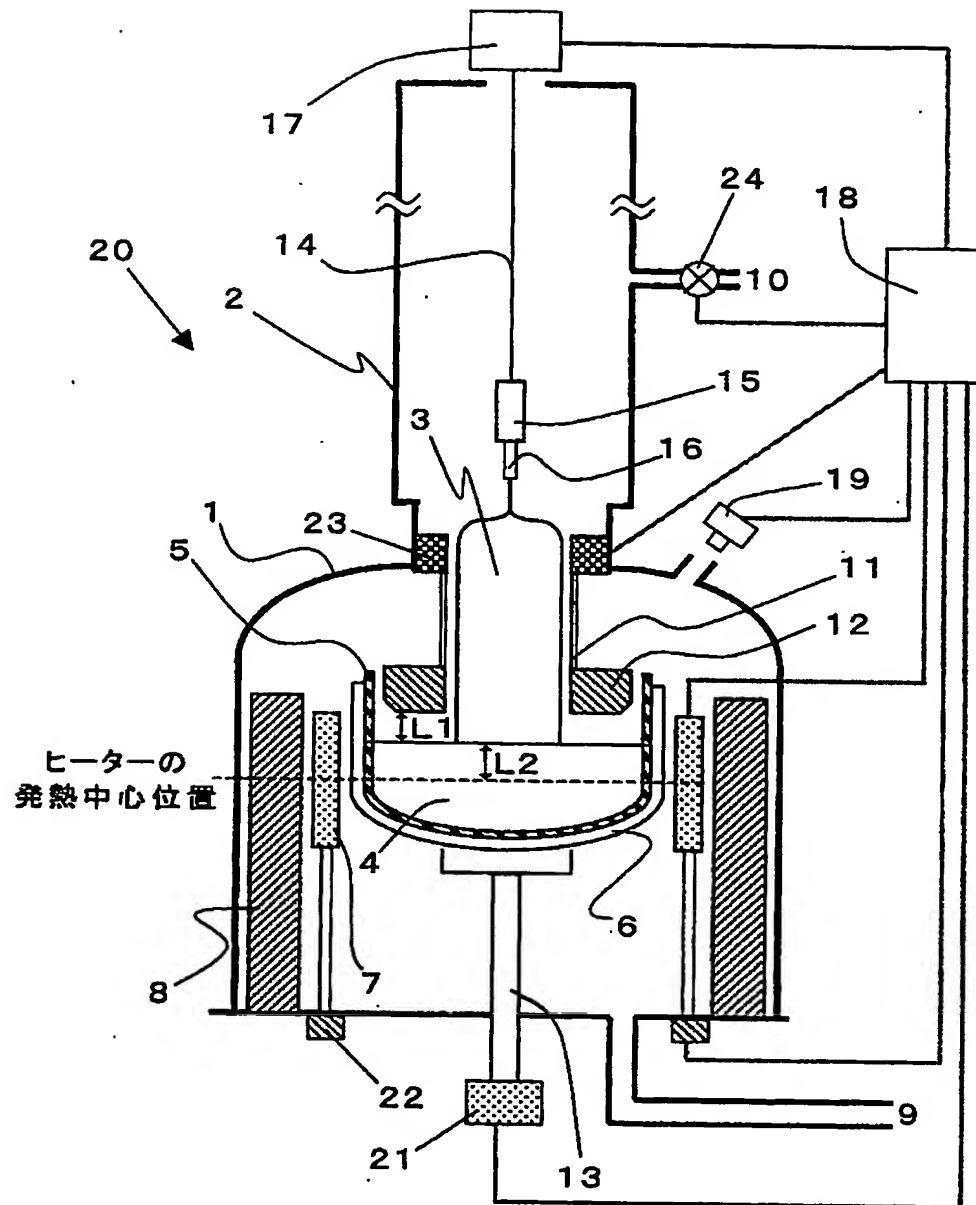
【図 4】



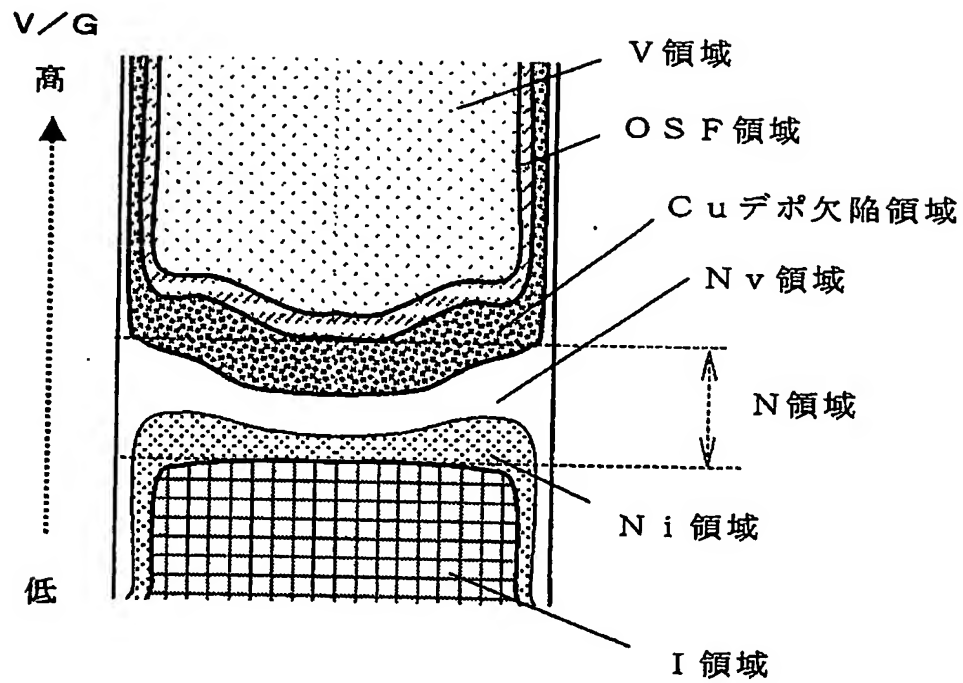
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 CZ法により単結晶を育成する際に、引上げ速度 V を低速化させずに V/G を制御して、所望の欠陥領域を有する単結晶を短時間で効率的に製造することのできる単結晶の製造方法を提供する。

【解決手段】 CZ法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、前記単結晶を育成する際に、引上げ速度を V 、結晶温度勾配を G で表したとき、該結晶温度勾配 G を、前記単結晶直胴部の直径、前記単結晶を引上げる際の単結晶の回転速度、前記チャンバに導入する不活性ガスの流量、前記原料融液を加熱するヒーターの位置、前記原料融液の融液面と前記チャンバ内で原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離のうちの少なくとも2つ以上の引上げ条件を変更することにより制御して、引上げ速度 V と結晶温度勾配 G の比 V/G を所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように制御することを特徴とする単結晶の製造方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 8 5 7 7 3

ページ： 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 9 0 1 4 9]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号

氏 名

信越半導体株式会社